

10/509671

DT05 Re PCT/PTO 08 OCT 2004

DOCKET NO.: 260086US90PCT

IN THE UNITED STATES PATENT AND TRADEMARK OFFICE

IN RE APPLICATION OF: Masanori KADOTA, et al.

SERIAL NO.: NEW U.S. PCT APPLICATION

FILED: HEREWITH

INTERNATIONAL APPLICATION NO.: PCT/JP03/04448

INTERNATIONAL FILING DATE: April 8, 2003

FOR: METHOD OF MANUFACTURING OPTICAL MEMBER, METHOD OF MANUFACTURING PLASTIC LENS, GASKET FOR MOLDING PLASTIC LENS, AND JIG FOR CASTING MONOMER

**REQUEST FOR PRIORITY UNDER 35 U.S.C. 119
AND THE INTERNATIONAL CONVENTION**

Commissioner for Patents
Alexandria, Virginia 22313

Sir:

In the matter of the above-identified application for patent, notice is hereby given that the applicant claims as priority:

<u>COUNTRY</u>	<u>APPLICATION NO</u>	<u>DAY/MONTH/YEAR</u>
Japan	2002-105180	08 April 2002
Japan	2002-111441	15 April 2002
Japan	2003-031857	10 February 2003

Certified copies of the corresponding Convention application(s) were submitted to the International Bureau in PCT Application No. PCT/JP03/04448. Receipt of the certified copy(s) by the International Bureau in a timely manner under PCT Rule 17.1(a) has been acknowledged as evidenced by the attached PCT/IB/304.

Respectfully submitted,
OBLON, SPIVAK, McCLELLAND,
MAIER & NEUSTADT, P.C.



Masayasu Mori
Attorney of Record
Registration No. 47,301
Surinder Sachar
Registration No. 34,423

Customer Number

22850

(703) 413-3000
Fax No. (703) 413-2220
(OSMMN 08/03)

BEST AVAILABLE COPY

10 / 509671
PCT/JP03/04448

日本国特許庁
JAPAN PATENT OFFICE

08 OCT 2004
08.04.03

別紙添付の書類に記載されている事項は下記の出願書類に記載されて
いる事項と同一であることを証明する。

This is to certify that the annexed is a true copy of the following application as filed
with this Office

出願年月日

Date of Application:

2002年 4月 8日

REC'D 05 JUN 2003

出願番号

Application Number:

特願 2002-105180

WIPO PCT

[ST.10/C]:

[JP 2002-105180]

出願人

Applicant(s):

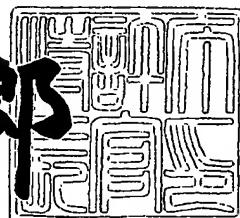
HOYA株式会社

PRIORITY DOCUMENT
SUBMITTED OR TRANSMITTED IN
COMPLIANCE WITH
RULE 17.1(a) OR (b)

2003年 5月 13日

特許庁長官
Commissioner,
Japan Patent Office

太田 信一郎



出証番号 出証特 2003-3035843

【書類名】 特許願

【整理番号】 A15199H

【提出日】 平成14年 4月 8日

【あて先】 特許庁長官 殿

【発明者】

【住所又は居所】 東京都新宿区中落合2丁目7番5号 ホーヤ株式会社内

【氏名】 門田 正徳

【発明者】

【住所又は居所】 東京都新宿区中落合2丁目7番5号 ホーヤ株式会社内

【氏名】 中村 茂雄

【発明者】

【住所又は居所】 東京都新宿区中落合2丁目7番5号 ホーヤ株式会社内

【氏名】 平山 賢悟

【発明者】

【住所又は居所】 東京都新宿区中落合2丁目7番5号 ホーヤ株式会社内

【氏名】 北原 義孝

【特許出願人】

【識別番号】 000113263

【氏名又は名称】 ホーヤ株式会社

【代理人】

【識別番号】 110000109

【氏名又は名称】 特許業務法人特許事務所サイクス

【代表者】 今村 正純

【手数料の表示】

【予納台帳番号】 170347

【納付金額】 21,000円

【提出物件の目録】

【物件名】 明細書 1

【物件名】 図面 1

【物件名】 要約書 1
【ブルーフの要否】 要

【書類名】明細書

【発明の名称】光学部材の製造方法

【特許請求の範囲】

【請求項1】下記成分(A)と下記成分(B)とを混合し、混合後直ちに混合物を成形型に注入して成形体を得る、光学部材の製造方法であって、

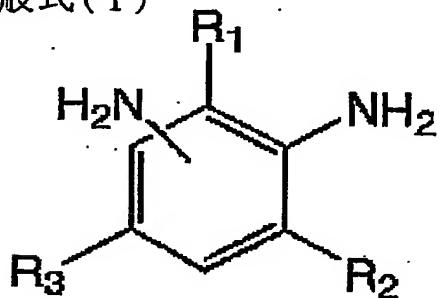
前記成分(A)を5000CPS以下の粘度になるように加温し、加温した成分(A)を加压しながらフィルターを透過させて成分(A)に含まれる異物を除去し、次いで減压下にて脱気した後に、前記混合に供することを特徴とする前記製造方法

成分(A)：分子中に環状構造を有する脂肪族ジイソシアネートと300～2500の平均分子量を有するジオールとの反応生成物であるイソシアネート末端プレポリマー

成分(B)：一般式(I)で表される1種または2種以上の芳香族ジアミン（一般式(I)中、R₁、R₂及びR₃はそれぞれ独立して、メチル基、エチル基、チオメチル基の何れかである）

【化1】

一般式(I)



【請求項2】成分(A)の原料である、分子中に環状構造を有する脂肪族ジイソシアネートが、脂環式ジイソシアネートである請求項1に記載の製造方法。

【請求項3】脂環式ジイソシアネートが4,4'-メチレンビス(シクロヘキシリイソシアネート)、イソホロンジイソシアネート、1,3-ビス(イソシアナートメチル)シクロヘキサン及びノルボルネンジイソシアネートからなる群から選ばれる少なくとも1種である請求項2に記載の製造方法。

【請求項4】成分(A)の原料である、300～2500の平均分子量を有するジオールが、ポリエーテル系ジオールまたはポリエステル系ジオールである請求項1～3のいずれか1項に記載の製造方法。

【請求項5】成分(A)のイソシアネート基含有率が10～20重量%の範囲である請求項1～4のいずれか1項に記載の製造方法。

【請求項6】前記混合及び成形型への注入を反応射出成形機において行い、前記異物の除去は、反応射出成形機へ供給する前に行う請求項1～5のいずれか1項に記載の製造方法。

【請求項7】前記フィルターは、絶対濾過精度が0.05～10μmの範囲である請求項1～6のいずれか1項に記載の製造方法。

【請求項8】前記フィルターの濾過部材が、2弗化テフロン(PTFE)、4弗化テフロン(PTFE)、ポリプロピレン(PP)、ポリビニリデンフロライド(PVDF)、ポリフェニレンサルファイド(PPS)、セルロース、ナイロン66、304ステンレス及び316ステンレスから成る群から選ばれる1種である請求項1～7のいずれか1項に記載の製造方法。

【請求項9】前記成形体がプラスチックレンズである請求項1～8のいずれか1項に記載の製造方法。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】

本発明は、混合すると急速に反応が進むイソシアネート末端プレポリマーである成分(A)と芳香族ジアミンである成分(B)とを混合し、注型重合するプラスチックレンズ等の光学部材の製造方法に関する。特に、前記成分(A)に含まれる異物を除去する工程を含む光学部材の製造方法に関する。

本発明の製造方法により得られる光学部材は、他のウレタン樹脂と比較して高強度であり、かつ原料プレポリマーに含まれる微細異物までも取り除かれていることから、耐衝撃性と透明性を要求される部材、例えば自動車用窓ガラス、航空機用窓ガラス、眼鏡レンズ、保護眼鏡等への利用が有望である。

【0002】

【従来の技術】

上記イソシアネート末端プレポリマー成分（A）と芳香族ジアミン成分（B）とを混合して高強度の透明成形体を得る技術は、米国特許6127505号公報に示されている。

【0003】

【発明が解決しようとする課題】

成分（A）と（B）との反応は数あるウレタンもしくはその誘導体の成形反応の中でも最も速いものの一つである。そこで、一般には、反応射出成形機（以下RIM成形機 RIM: Reaction Injection Molding）を使用し、混合過程において二液を混合機により十分に混合させた後、直ちに成形型内に注入し注型重合して成形品を得ることが試みられている。

【0004】

一般的なRIM成形機の構造を図1に示し、この装置を使用した成形体の製造方法について説明する。

ここで成分（A）及び（B）はそれぞれ材料タンク1A及び1B中に減圧下で保管され十分に脱気される。脱気が不十分であると成形品中に泡が混入し、製品としての性能や外観を損ねる場合や、成形品の機械的強度の低下を招く場合がある。さらに成分（A）は常温での粘度が高いので、脱気効率に影響を与える場合や成形不可能である場合は、昇温し粘度を低下させる。十分に脱気されたタンク内の材料温度が均一化された後二液の混合吐出を行う。この際、材料はポンプ2A及び2Bによりタンクから材料流路3A及び3B中に押し出されフィルター4A及び4Bを通過し、混合吐出部5へ送られる。混合吐出部5において成分（A）と（B）は高速で回転する回転軸もしくはスタティックミキサーにより混合され二液の均一な混合液となり吐出される。

【0005】

成分（A）及び（B）の反応速度はゲル化まで数十秒から数分ときわめて速い。そのため、一方又は両方の成分中になんらかの異物が存在していた場合、混合後の過程に濾過装置を導入して異物を除去することはきわめて困難である。濾過装

置が固化しその機能を果たさなくなるばかりではなく成形機のポンプ制御機能にも影響するからである。従って、成分中の異物を取り除く場合、濾過装置は混合吐出部5とポンプ2A及び2Bの間に置く必要があった。さらに、成分(A)及び(B)の混合比率を一定に保ち、一定品質の成形体を得るためにには、成分(A)及び(B)の混合吐出部5への吐出量(吐出比率)をできるだけ安定化させる必要がある。そのため、濾過装置は混合吐出部5から出来るだけ遠い位置に配置するのがよい。こうすることで濾過直後、混合前の各成分の不安定な流れを安定化させることが出来る。

このような背景から、従来、フィルター4A及び4Bは、上記のように、RIM成形機内の図1の位置付近に取り付けられていた。

【0006】

RIM成形機内に取り付けられるフィルターは、通常、絶対濾過精度 $100\text{ }\mu\text{m}$ 程度のものが使用されている。しかしながら、眼鏡レンズのような光学部材を製造する場合には、この程度の濾過精度では、成形品の透過率、光学物性、機械的強度の低下を招く微細異物の除去までを良好に行うことはできなかった。

ここで問題となる微細異物とは特に $10\text{ }\mu\text{m}$ 以下の不純物であり、絶対濾過精度 $10\text{ }\mu\text{m}$ 以下のフィルターを用いた精密濾過を実施しなければ除去が困難な物質である。

【0007】

そこで、RIM成形機内に設けられるフィルターの濾過精度を高くすることが考えられる。しかし、RIM成形機内に設けられるフィルターの濾過能力は、各成分の吐出量に大きく影響するため、フィルターの濾過精度が高くなりすぎると各成分の吐出量が目的とする吐出量に達しない場合が出てくる。特に、成分(A)は粘度が高く、常温では濾過が困難であるため、加熱して粘度を低くする必要がある。しかし、加熱による成分(A)の劣化、成形型の耐熱温度、成形型への充填以降の工程における作業者の作業性などを考慮する必要がある。また、成分(A)と成分(B)の混合温度が高くなる程、重合反応が速くなるため、成形体に気泡や光学的欠損が発生しやすくなることもあり、成分(A)の加熱には限界がある。このため、充分に粘度を低くすることができないので、成分(A)の濾過速

度は遅い。一方、成分（B）は粘度が低いものの、成分（A）と所定の割合で混合しなければならないので、混合液の吐出量は少なくなってしまう。

【0008】

そこで、成分（A）を濾過するフィルターの容量（濾過面積）を増加させ、フィルターにかかる圧力損失を低下させ、目的の吐出量を確保するという方法がある。しかし、フィルターの目が細かいことから、目が詰まりやすいためにフィルターのメインテナンスの間隔が狭くなる。さらに、フィルター交換後は、フィルター内部の空気が成分（A）に置換されるまで成分（A）に泡が混入するため、泡が出なくなるまで成分（A）をフィルターに流し続ける必要があるが、濾過面積が大きいと、泡が出なくなるまでかなり長い時間を要するため、RIM成形機の連続運転時間が短くなるという問題がある。

【0009】

そこで本発明の目的は、RIM成形機における各成分の吐出量に影響を与えることなしに、特に、成分（A）に含まれる、異物やゴミのみならず、成形品の透過率、光学物性、機械的強度の低下を招く微細異物をも除去して、良好な光学的及び機械的特性を有する光学部材を製造する方法を提供することにある。

【0010】

【課題を解決するための手段】

上記目的を達成するために本発明者は銳意検討した結果、RIM成形機に供給する前の成分（A）をあらかじめ特定の精密濾過を行い、これをRIM成形機に移送することで、RIM成形機における吐出量に影響を与えることなしに光学部材を得られることを見いだして本発明を完成させた。

【0011】

本発明は、以下の通りである。

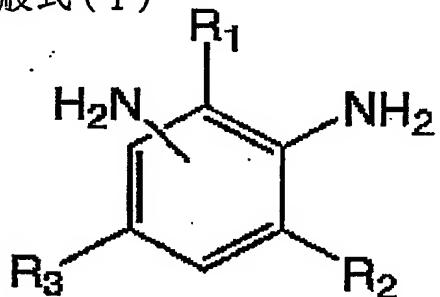
〔請求項1〕 下記成分（A）と下記成分（B）とを混合し、混合後直ちに混合物を成形型に注入して成形体を得る、光学部材の製造方法であって、前記成分（A）を5000CPS以下の粘度になるように加温し、加温した成分（A）を加压しながらフィルターを透過させて成分（A）に含まれる異物を除去し、次いで減压下にて脱気した後に、前記混合に供することを特徴とする前記製造方法

成分（A）：分子中に環状構造を有する脂肪族ジイソシアネートと300～2500の平均分子量を有するジオールとの反応生成物であるイソシアネート末端プレポリマー

成分（B）：一般式（I）で表される1種または2種以上の芳香族ジアミン（一般式（I）中、R₁、R₂及びR₃はそれぞれ独立して、メチル基、エチル基、チオメチル基の何れかである）

【化2】

一般式（I）



〔請求項2〕成分（A）の原料である、分子中に環状構造を有する脂肪族ジイソシアネートが、脂環式ジイソシアネートである請求項1に記載の製造方法。

〔請求項3〕脂環式ジイソシアネートが4, 4'−メチレンビス（シクロヘキシリイソシアネート）、イソホロンジイソシアネート、1, 3−ビス（イソシアナートメチル）シクロヘキサン及びノルボルネンジイソシアネートからなる群から選ばれる少なくとも1種である請求項2に記載の製造方法。

〔請求項4〕成分（A）の原料である、300～2500の平均分子量を有するジオールが、ポリエーテル系ジオールまたはポリエステル系ジオールである請求項1～3のいずれか1項に記載の製造方法。

〔請求項5〕成分（A）のイソシアネート基含有率が10～20重量%の範囲である請求項1～4のいずれか1項に記載の製造方法。

〔請求項6〕前記混合及び成形型への注入を反応射出成形機において行い、前記異物の除去は、反応射出成形機へ供給する前に行う請求項1～5のいずれか1項に記載の製造方法。

【請求項7】前記フィルターは、絶対濾過精度が0.05~10μmの範囲である請求項1~6のいずれか1項に記載の製造方法。

【請求項8】前記フィルターの濾過部材が、2弗化テフロン(PTFE)、4弗化テフロン(PTFE)、ポリプロピレン(PP)、ポリビニリデンフロライド(PVDF)、ポリフェニレンサルファイド(PPS)、セルロース、ナイロン66、304ステンレス及び316ステンレスから成る群から選ばれる1種である請求項1~7のいずれか1項に記載の製造方法。

【請求項9】前記成形体がプラスチックレンズである請求項1~8のいずれか1項に記載の製造方法。

【0012】

【発明の実施の形態】

本発明は、上記成分(A)と成分(B)とを混合し、混合後直ちに混合物を成形型に注入して成形体を得る、光学部材の製造方法である。

成分(A)及び成分(B)について説明する。

成分(A)

成分(A)は、分子中に環状構造を有する脂肪族ジイソシアネートと300~2500の平均分子量を有するジオールとの反応生成物であるイソシアネート末端プレポリマーである。上記イソシアネート末端プレポリマーの一方の原料であるジイソシアネートが、分子中に環状構造を有する脂肪族ジイソシアネートであることで、プレポリマー製造時、または重合時の反応コントロールが容易になり、かつ最終的に得られる成形体に適度な弾性を付与することができる。さらに、得られる成形体に高耐熱性と良好な機械特性を与えることもできる。

【0013】

分子中に環状構造を有する脂肪族ジイソシアネートとは、主鎖又は側鎖に環状構造を有する脂肪族ジイソシアネートであり、環状構造は、脂環、芳香環、または複素環のいずれであっても良い。但し、分子中に環状構造を有する脂肪族ジイソシアネートは、黄変を防止すると共に十分な弾性や硬度を保持するという観点から脂環式ジイソシアネートであることが好ましい。脂環式ジイソシアネートに比べ、芳香環を有するイソシアネートでは得られた成形体の黄変が進みやすく、

脂肪族鎖状のイソシアネートでは得られた成形体が柔らかくなり、形状保持性が低下する傾向がある。

【0014】

さらに、脂環式ジイソシアネートは、例えば、4,4'-メチレンビス(シクロヘキシリイソシアネート)、イソホロンジイソシアネート、1,2-ビス(イソシアナートメチル)シクロヘキサン、1,3-ビス(イソシアナートメチル)シクロヘキサン、1,4-ビス(イソシアナートメチル)シクロヘキサン、1,2-ジイソシアナートシクロヘキサン、1,3-ジイソシアナートシクロヘキサン、1,4-ジイソシアナートシクロヘキサン、ノルボルネンジイソシアネート等を挙げることができる。また、芳香環を有するジイソシアネートとしては、例えば、m-キシリレンジイソシアネート、o-キシリレンジイソシアネート、p-キシリレンジイソシアネート、m-テトラメチルキシリレンジイソシアネート等を挙げができる。特に、4,4'-メチレンビス(シクロヘキシリイソシアネート)、イソホロンジイソシアネート、1,3-ビス(イソシアナートメチル)シクロヘキサン及びノルボルネンジイソシアネートからなる群から選ばれる少なくとも1種であることが好ましい。

【0015】

上記成分(A)のイソシアネート末端プレポリマーのもう一方の原料であるジオールの平均分子量は300～2500である。ジオールの平均分子量が300より小さくと得られる成形体に韌性を付与することができず、2500より大きいと得られた成形体が柔らかくなり形状を保持できなくなる。ジオールの平均分子量は、好ましくは、400～1000である。300～2500の平均分子量を有するジオールは、例えば、ポリエーテル系ジオールまたはポリエステル系ジオールであることができる。これらのジオールは、他成分との相溶性が良いことから好ましい。相溶性が良くないジオールの場合、得られる成形体の透明性を維持するために相溶化剤などの別成分を添加する必要が出てきたり、透明性が損なわれる可能性がある。

【0016】

このようなジオールとしては、例えば、ポリオキシエチレングリコール、ポリ

オキシプロピレングリコール、ポリオキシテトラメチレングリコール、エチレングリコールとアジピン酸からなるポリエステルジオール、プロピレングリコールとアジピン酸からなるポリエステルジオール、ジエチレングリコールとアジピン酸からなるポリエステルジオール、1,4-ブタンジオールとアジピン酸からなるポリエステルジオール、ネオペンチルグリコールとアジピン酸からなるポリエステルジオール、1,6-ヘキサンジオールとアジピン酸からなるポリエステルジオール、1,10-デカンジオールとアジピン酸からなるポリエステルジオール、1,4-ブタンジオールとセバシン酸からなるポリエステルジオール、エチレングリコールと ϵ -カプロラクトンからなるポリカプロラクトンジオール、プロピレングリコールと ϵ -カプロラクトンからなるポリカプロラクトンジオール、ジエチレングリコールと ϵ -カプロラクトンからなるポリカプロラクトンジオール、1,4-ブタンジオールと ϵ -カプロラクトンからなるポリカプロラクトンジオール、ネオペンチルグリコールと ϵ -カプロラクトンからなるポリカプロラクトンジオール、1,6-ヘキサンジオールと ϵ -カプロラクトンからなるポリカプロラクトンジオール、1,10-デカンジオールと ϵ -カプロラクトンからなるポリカプロラクトンジオール、ポリカーボネートグリコール等が挙げられ、好ましくはポリオキシプロピレングリコール、ポリオキシテトラメチレングリコール、1,4-ブタンジオールとアジピン酸からなるポリエステルジオール、ネオペンチルグリコールとアジピン酸からなるポリエステルジオール、1,6-ヘキサンジオールとアジピン酸からなるポリエステルジオール、1,10-デカンジオールとアジピン酸からなるポリエステルジオール等が挙げられる。

【0017】

成分(A)であるイソシアネート末端プレポリマーのイソシアネート基含有率は、10~20重量%の範囲であることが好ましい。上記イソシアネート基含有率が上記範囲より小さいと得られる成形体の硬度が低くなる傾向があり、上記範囲より高くなると得られる成形体の韌性(十分な強度)が得られにくくなる傾向がある。さらに、上記イソシアネート基含有率は、より好ましくは11~15重量%の範囲である。

【0018】

成分（B）

成分（B）は一般式（I）で表される1種または2種以上の芳香族ジアミンである。

一般式（I）中のR₁、R₂及びR₃はそれぞれ独立して、メチル基、エチル基、チオメチル基の何れかである。R₁、R₂及びR₃が上記置換基であることで、結晶性を抑制しつつ他成分との相溶性を高めることができる。また、これらの置換基がないか、あるいは数が少ないと結晶性が高く取り扱いにくくなり、他の置換基だと他の成分との相溶性が悪くなり得られる材料の透明性が低下する恐れがある。

【0019】

前記芳香族ジアミンは、より具体的には、例えば、以下の化合物である。

1,3,5-トリメチル-2,4-ジアミノベンゼン、1,3,5-トリメチル-2,6-ジアミノベンゼン、1,3,5-トリエチル-2,4-ジアミノベンゼン、1,3,5-トリエチル-2,6-ジアミノベンゼン、1,3,5-トリチオメチル-2,4-ジアミノベンゼン、1,3,5-トリチオメチル-2,6-ジアミノベンゼン、3,5-ジエチル-2,4-ジアミノトルエン、3,5-ジエチル-2,6-ジアミノトルエン、3,5-ジチオメチル-2,4-ジアミノトルエン、3,5-ジチオメチル-2,6-ジアミノトルエン、1-エチル-3,5-ジメチル-2,4-ジアミノベンゼン、1-エチル-3,5-ジチオメチル-2,6-ジアミノベンゼン、1-エチル-3,5-ジチオメチル-2,4-ジアミノベンゼン、1-チオメチル-3,5-ジメチル-2,4-ジアミノトルエン、1-チオメチル-3,5-ジメチル-2,6-ジアミノトルエン、1-チオメチル-3,5-ジエチル-2,4-ジアミノトルエン、1-チオメチル-3,5-ジエチル-2,6-ジアミノトルエン、3-エチル-5-チオメチル-2,4-ジアミノトルエン、3-エチル-5-チオメチル-2,6-ジアミノトルエン、3-チオメチル-5-エチル-2,4-ジアミノトルエン等。

【0020】

上記芳香族ジアミンは、R₁がメチル基であり、R₂及びR₃がそれぞれエチル基またはチオメチル基の何れかであることが、得られる成形体が白濁しにくく、かつ得られる成形体に十分な韌性を付与できるという観点から好ましい。

前記芳香族ジアミンとしては、より具体的には、例えば、3,5-ジエチル-2,4-

ジアミノトルエン、3,5-ジエチル-2,6-ジアミノトルエン、3,5-ジチオメチル-2,4-ジアミノトルエン、3,5-ジチオメチル-2,6-ジアミノトルエン等を挙げることができる。

【0021】

成分(A)と成分(B)との割合は、成分(B)のアミノ基に対する、成分(A)のイソシアネート基のモル比が1.00～1.15の範囲であることが、十分な韌性(強度)が得られるという観点から好ましい。上記モル比は、より好ましくは1.02～1.12の範囲である。

【0022】

本発明の製造方法は、前記成分(A)を5000CPS以下の粘度になるように加温し、加温した成分(A)を加压しながらフィルターを透過させて成分(A)に含まれる異物を除去し、次いで減压下にて脱気した後に、前記混合に供することを特徴とする。

イソシアネート末端プレポリマーである成分(A)の粘度は、プレポリマーを構成するモノマー単位の種類や分子量等によって変化するが、通常、常温での粘度が数万cps程度である。そのため精密濾過を行うためには適当な温度まで昇温して粘度を低下させる必要がある。そこで本発明では、前記成分(A)を5000CP S以下の粘度になるように加温する。5000CPS以下の粘度であれば、加压しながらフィルターを透過させることができる。成分(A)は、好ましくは500～2000CPSの粘度となるように加温することが好ましい。成分(A)の加温は、昇温設備を備えたタンクに成分(A)を入れ加熱することが実施できる。

【0023】

5000CPS以下の粘度になるように加温した成分(A)は、加压しながらフィルターを透過させて成分(A)に含まれる異物を除去する。

粘度5000CPS以下の液体の濾過において、工業的に必要とされる濾過速度を得るにはポンプによりタンク内の液体をフィルターに移送し濾材を通過させることが適当である。前記タンクとフィルターとをポンプにより接続し接続配管ならびにタンク等容器類の全てを保温設備によって保温し温度低下を最小に抑えることで濾過を効率的に行うことが出来る。

【0024】

さらに、フィルターの外壁に温度制御手段を設け、成分（A）が一定温度でフィルタを透過できるようにすることが好ましい。尚、前記温度制御手段は、前記壁外面もしくは内部に循環させてある液状熱媒体の加熱温度を制御することにより行うことができる。

【0025】

—ささら

シジミー

成分（A）の濾過に使用されるフィルターは、例えば、絶対濾過精度が0.05～10μmの範囲であるものが好ましい。フィルターの絶対濾過精度が0.05μm以上であれば、成分（A）の濾過が可能である。また、人が肉眼により確認できる異物の大きさの限界は20μm程度であるので、フィルターの絶対濾過精度が10μm以下であれば、肉眼で確認できる異物を確実に除去することができる。

特に本発明では、濾過速度を考慮しつつ、微細異物を除去して、よりクリアな光学部材を作るために、絶対濾過精度0.45～1μmのフィルターを用いた精密濾過を実施することが好ましい。

【0026】

また、使用するフィルターの濾過部材の材質は濾過の処理温度ならびに耐差圧等に基づき決定される。特に、この成分Aは粘度が高いため、濾過時の圧力損失が少ないものがよく、また、粘度を低くするために温度を高くする必要があることから、耐熱温度が高いものがより良い。このような観点から、上記フィルターの濾過部材は、2弗化テフロン（PTFE）、4弗化テフロン（PTFE）、ポリプロピレン（PP）、ポリビニリデンフロライド（PVDF）、ポリフェニレンサルファイド（PPS）、セルロース、ナイロン66、304ステンレス及び316ステンレスから成る群から選ばれる1種であることが好ましい。

【0027】

加温した成分（A）をフィルター透過させるためにかける圧力は、特に限定は無く、フィルターの絶対濾過精度とフィルターの耐差圧値等を考慮して適宜決定できる。

【0028】

フィルター透過により異物を除去した成分（A）は、フィルター濾過時に発生した気泡を多数含んでいるため、減圧下にて脱気される。脱気のための減圧は、成分（A）に含まれる気泡の量や成分（A）の粘度（即ち、脱気の容易さ）や脱気時間等を考慮して、適宜決定される。例えば、脱気のための減圧は、成分（A）の粘度を800～1,500CPSの範囲に保ちながら、0.6Torr以下の減圧下で、0.5～3時間行うことができる。

【0029】

成分（B）についても濾過と脱気を行うことが適當である。成分（B）の濾過に使用されるフィルターは成分（A）の濾過に使用されるフィルターと同程度もしくはそれ以下の絶対濾過精度のものを使用すると良い。絶対濾過精度 $10\text{ }\mu\text{m}$ 以下のものを使用すると肉眼で確認できる異物を確実に除去できるという点で好ましく、絶対濾過精度 $1\text{ }\mu\text{m}$ 以下のものを使用すると、微細異物を除去して、よりクリアなレンズを作ることができると良い点でより好ましい。また、成分（B）は粘度が低いため、成分（A）のように濾過や脱気を容易にするために加熱して粘度を低くする必要はなく、むしろ材料の劣化や変色を防止するために低温（例えば室温以下）で保温することが好ましい。また、成分（A）についてはRIM成形機内に供給される前にあらかじめ特定の精密濾過を行っているが、成分（B）についてはRIM成形機内に濾過精度の高いフィルター（例えば絶対濾過精度 $10\text{ }\mu\text{m}$ 以下）を設けて濾過を行っても良い。その場合RIM成形機供給前の濾過は省略しても良い。

【0030】

このようにして異物を除去し、脱気された成分（A）を成分（B）と混合し、混合後直ちに混合物を成形型に注入して成形体を得る。より具体的には、このようにして異物を除去し、脱気された成分（A）及び別途用意した成分（B）とを、前述のRIM成形機に供給し、RIM成形機内で、混合及び注型重合を行うことが適當である。

この過程を、図2に示す概略図により、さらに説明する。

貯蔵タンク20に成分（A）を供給し、所定の温度に加温する。貯蔵タンク20においても、真空ポンプで減圧にして、脱気をすることが好ましい。これによ

り、成分(A)に溶存している気体を先に除去しておくことができるので、バッファータンク23での脱気時間を短縮することができる。貯蔵タンク20において所定温度に加温された成分(A)は、貯蔵タンク20に窒素ガス等の不活性ガスを供給し、貯蔵タンク20内を大気圧以上に保持しながら、ポンプ21を介して、フィルター22に供給され、異物が除去され、バッファータンク23に移送される。バッファータンク23において、真空ポンプで減圧にして脱気される。これにより、フィルター22通過時に発生した泡は取り除かれる。充分に脱気された成分(A)は、絶対濾過精度 $100\mu\text{m}$ のフィルターを備えたRIM成形機内の材料タンク11Aに供給される。

【0031】

バッファータンク23からRIM成形機の材料タンク11Aへの移送は、ポンプ又は圧力差による移送により行う。圧力差による移送とは、移送元のタンク内の圧力を、窒素ガス等の不活性ガスを供給して陽圧に保持し、移送先のタンク内の圧力を、移送元のタンク内の圧力より低く(例えば大気圧)にすることで成分を移送させる方法である。

【0032】

このように異物を除去し、脱気された成分(A)を絶対濾過精度 $100\mu\text{m}$ のフィルターを備えたRIM成形機に移送し、これを原料として使用することで、目的とする吐出量で成形を行うことが容易にできるようになる。

【0033】

貯蔵タンク25に成分(B)を供給し、所定の温度に保温する。貯蔵タンク25において、真空ポンプで減圧にして脱気しても良いが、成分(B)は粘度が低いため、フィルター通過時に発生した泡はフィルター通過後でも容易に取り除くことができるため、この脱気は省略して良い。貯蔵タンク25において所定温度に保温された成分(B)は、貯蔵タンク25とバッファータンク24との圧力差によりフィルター26に供給され異物が除去され、バッファータンク24に移送される。バッファータンク24において、真空ポンプで減圧にして脱気される。充分に脱気された成分(B)はRIM成形機内の材料タンク11Bに圧力差により移送される。なお、バッファータンク24を設けず、貯蔵タンク25からフィ

ルター26を通過させ、直接RIM成形機の材料タンク11Bへ移送し、材料タンク11B内で脱気してもよい。

【0034】

上記RIM成形機において、成分(A)と成分(B)とを混合し、混合後直ちに混合物を成形型に注入して成形体を得る。成分(A)と成分(B)との混合は、高速で回転する回転軸を用いるか、またはスタティックミキサーを用いて二液の均一な混合液が得られるように行われる。さらに、得られた混合液は、直ちに成形型に注入される。ここで「直ちに」とは、成分(A)と成分(B)との重合が進みきらない間という意味であり、成分(A)と成分(B)の種類により変化するが、例えば、0.5~2秒間程度の間に成形型に注入を開始する。

【0035】

成分(B)と混合する際の成分(A)の温度(粘度)は、重合に最適な温度を勘案して適宜決定される。但し、成分(A)と成分(B)の混合温度が高い程、重合反応が速くなり、成形型に充填する際に気泡や光学的欠損が生じやすくなるため、RIM成形機で支障がない範囲(例えば5000CPS以下)で、フィルター透過及び脱気工程よりも低い温度(高い粘度)となるように設定することが好ましい。RIM成形機内のフィルターの濾過精度は、フィルター濾過工程のフィルターの濾過精度より低いので、ある程度粘度が上昇しても目的の吐出量を達成することができる。

成形型における重合の条件(温度及び時間等)は、成分(A)と成分(B)の種類等を考慮して適宜決定することができる。具体的な重合反応の条件等は、例えば、米国特許6127505号公報第5欄に記載の条件等を適宜参照することができ、また、後述の実施例でも詳述する。

【0036】

また、本発明の成形体は、必要により、離型剤、抗酸化剤、紫外線安定剤、着色防止剤等の添加成分を、成形体の透明性と強度を損なわない程度に添加することができる。添加成分の例は、例えば米国特許6127505号公報第6~7欄に記載のものを挙げることができる。

【0037】

本発明の製造方法では、成形体、特に透明成形体が得られ、透明成形体は、例えば、眼鏡レンズや光学レンズ等のレンズ、プリズム、光ファイバー、光ディスクや磁気ディスク等に用いられる記録媒体用基板、光学フィルター等の光学用途に用いることができる。好ましくは、本発明の透明成形体は、レンズ、特に好ましくは眼鏡レンズに用いることができる。

【0038】
【実施例】

【実施例】

以下、本発明を実施例によりさらに詳細に説明する。

実施例 1

本発明の透明成形体およびプラスチックレンズの製造方法の一実施例を図2と共に詳細に説明する。

温度制御手段を設けた貯蔵タンク20内に成分(A)を120kg充填し、貯蔵タンク20内の液温を70°Cに均一化するために攪拌装置を使用して液を攪拌した。温度制御は、貯蔵タンク20の外壁にジエチレングリコールを循環させ外部温度制御装置によりジエチレングリコールの温度制御をすることにより行った。このとき成分(A)の粘度は約1000CPSであった。成分(A)を保温しながら真空ポンプにより脱気を行った。この場合、貯蔵タンク20の真空到達度は0.6Torr以下であった。十分に脱気が終了したのち貯蔵タンク20内を窒素ガスにより陽圧にし、この貯蔵タンク20に接続されたモノノポンプ21(兵神装備株式会社製)を使用して成分(A)をフィルター22に供給し、バッファータンク23に移送した。使用したポンプは高粘性液体の移送能力に優れたものである。フィルター22は、フィルターエレメントとそれを取り囲む容器とからなる。フィルターの容器外壁には、保温用の液体を循環させるための機構が設けられている。この容器も前述の貯蔵タンク20と同様70°Cに保温する温度制御装置に接続した。フィルターエレメントには全長が20インチでメッシュサイズが0.45ミクロンの日本ポール社製AB2FX7EH4を用いた。このフィルターエレメントの濾材は4弗化テフロン(PTFE)であり濾材を囲む容器の構成部材はポリプロピレン(PP)で構成されている。

【0039】

フィルター22の前後に圧力センサー（図示せず）を取り付けフィルターにかかる圧力（差圧）を測定しその情報を基にポンプを制御し吐出を行った。常に圧力がフィルター固有の耐差圧値0.45MPa以下になるように濾過を行った。この場合の最大差圧値は0.20MPaであった。濾過速度は1.3kg/minであり濾過には約90分程度を要した。このようにして得られた濾過済みの成分（A）は、バッファータンク23内に移送され、更に十分脱気（真空到達度は0.6Torr）した後、RIM成形機内に移送した。このバッファータンク23は70℃に保温され脱気中も成分（A）を均一に保つため攪拌を継続した。またこのバッファータンク23からRIM成形機への成分（A）の移送は、このバッファータンク23を窒素ガスにより0.2MPaに加圧しあつ成形機の材料タンク11Aを0.6Torrに減圧することで行った。このようにして移送された成分（A）を、成形機の材料タンク11Aで、50℃に保温した。温度制御手段を設けた貯蔵タンク25内に成分（B）を充填し、貯蔵タンク25内の液温を20℃に均一化するために攪拌装置を使用して液を攪拌した。温度制御は貯蔵タンク25の外壁にジエチレングリコールを循環させ外部温度制御装置によりジエチレングリコールの温度制御をすることにより行った。このときの成分（B）の粘度は、150～160CPSであった。成分（B）を保温しながら真空ポンプにより脱気を行った。この場合貯蔵タンク25の真空到達度は0.6Torr以下であった。十分に脱気が終了したのち貯蔵タンク25内を窒素ガスにより陽圧にし、大気圧のバッファータンク24との圧力差によりフィルター26に供給しバッファータンク24に移送した。フィルターエレメントは成分（A）の濾過に使用したものと同じものを使用したが、成分（B）は粘度が低いので、フィルター24の濾過面積は、フィルター22より小さくした。

このようにして得られた濾過済みの成分（B）はバッファータンク24内で更に十分脱気（真空到達度0.6Torr）した後、RIM成形機内に圧力差を利用して移送した。その後、成分（A）と室温の成分（B）を、成形機の混合部で短時間で均一に、高速で攪拌し、吐出口より連続的に吐出した。吐出された混合物を、レンズ成形用ガラス型に注入し、120℃で15時間加熱重合してプラスチックレンズを得た。

【0040】

ここで使用した成分（A）は、平均分子量400のポリテトラメチレングリコールと4,4'-メチレンビス（シクロヘキシリソシアネット）からなるイソシアネート基含有率が13%であるイソシアネート末端プレポリマー、成分（B）は、3,5-ジエチル-2,4-トルエンジアミンと3,5-ジエチル-2,6-トルエンジアミンの混合物である。

また、本実施例では離型剤として、モノブトキシエチルアシッドホスフェートおよびジ（ブトキシエチル）アシッドフォスフェートを添加した。この離型剤はあらかじめ貯蔵タンク20内で濾過前の成分（A）に均一に溶解させた。

【0041】

得られたレンズを暗所にて蛍光灯下で目視観察した結果、白濁や微結晶による散乱の原因となる曇りや異物もなく、非常に透明性に優れたものであった。

また、中心厚1.3mmのS-4.00のレンズの中心部にFDA規格である1.27mの高さから、重さ16gの鋼球を自然落下させたが、破壊されるものはなかった。同様に1kgの鋼球についても落球試験を行ったが、破壊されるものはなかった。

【0042】

比較例1

フィルター22での精密濾過を行わずに、上記と同様の原料から同様の重合条件で得られた透明成形体を、上記と同様に目視観察した結果、不透明物質の析出等による異物が見られ、曇りも生じており、透明性に劣るものであった。

また、上記と同様に1kgの落球試験を行ったところ、特に曇りや異物が多くてものにひびを生じるものが見られ、耐衝撃性に劣るものであった。

【0043】

実施例2

貯蔵タンク20内、バッファータンク23内、フィルター22内の液温がそれぞれ60°Cになるように温度制御を行った以外は、実施例1と同様に行った。なお、貯蔵タンク20で60°Cに保温された成分（A）の粘度は約2500CPSであった。また、成分（A）の濾過速度は0.6kg/minであり、濾過には約200分程度を要した。

【0044】

得られたレンズを暗所にて蛍光灯下で目視観察した結果、白濁や微結晶による散乱の原因となる曇りや異物もなく、非常に透明性に優れたものであった。

また、中心厚1.3mmのS-4.00のレンズの中心部にFDA規格である1.27mmの高さから、重さ16gの鋼球を自然落下させたが、破壊されるものはなかった。同様に1kgの鋼球についても落球試験を行ったが、破壊されるものはなかった。

【0045】

【発明の効果】

本発明によれば、成分(A)に含まれる、異物やゴミのみならず、成形品の透過率、光学物性、機械的強度の低下を招く微細異物をも除去して、良好な光学的及び機械的特性を有する光学部材を製造する方法を提供することができる。

【図面の簡単な説明】

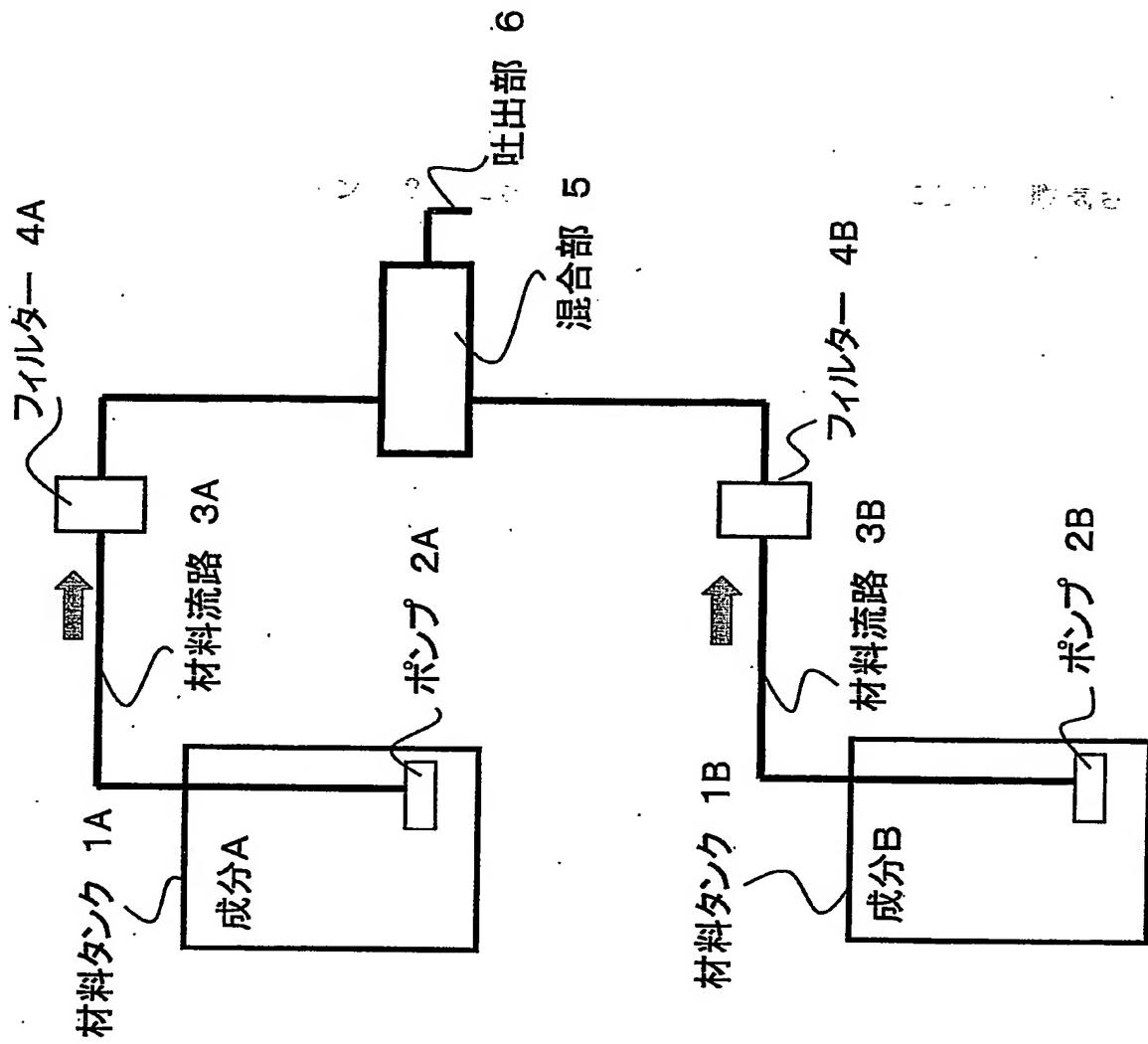
【図1】一般的なRIM成形機の構造を示す説明図。

【図2】本発明の製造方法に使用する装置の一態様を示す説明図。

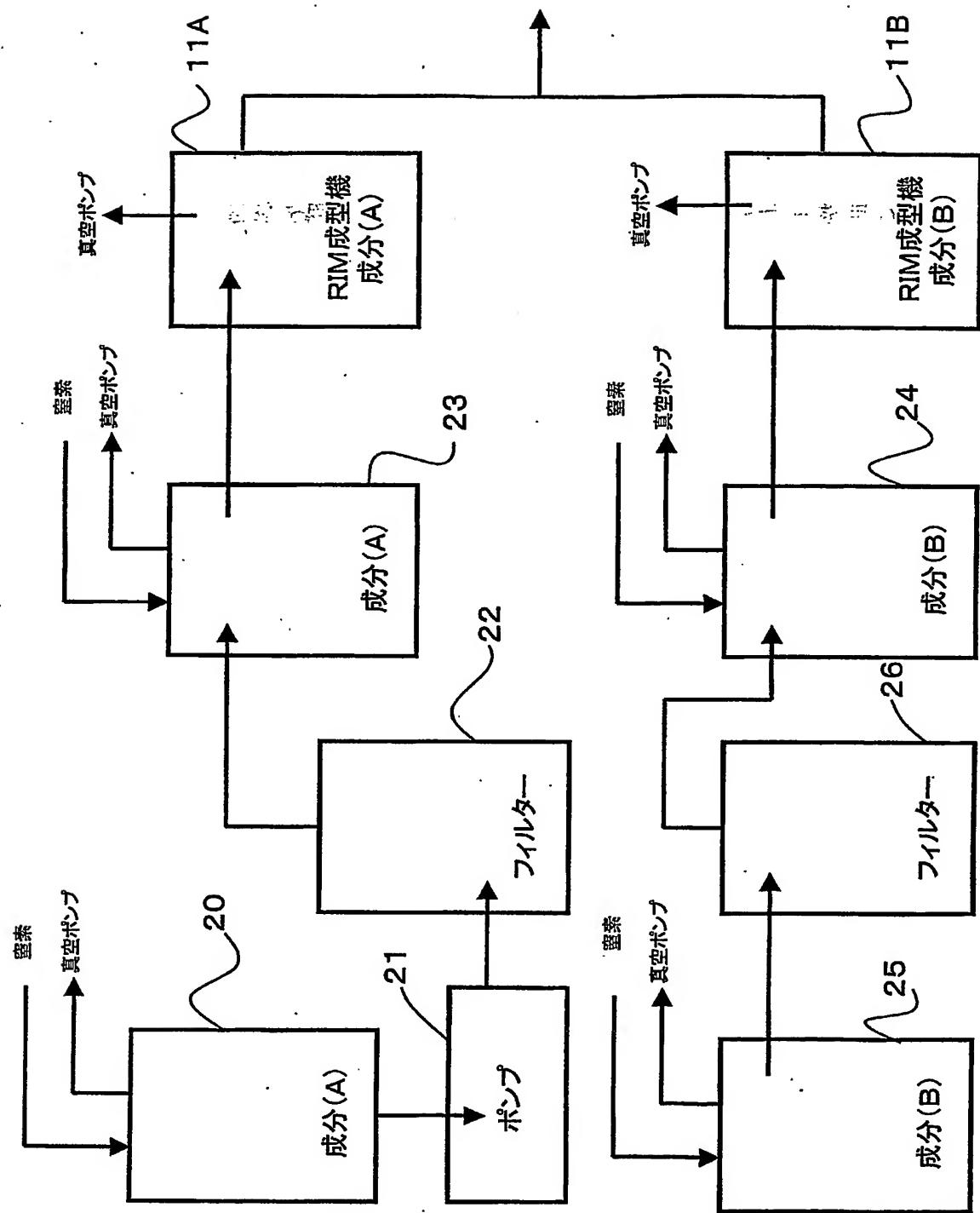
【書類名】

図面

【図1】



【図2】



【書類名】要約書

【要約】

【課題】 良好な光学的及び機械的特性を有する光学部材を製造する方法を提供すること。

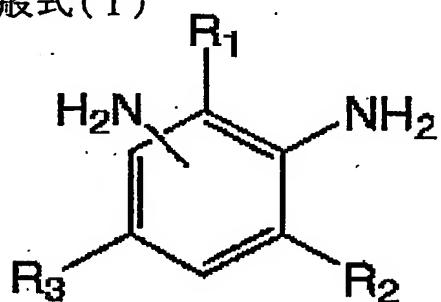
【解決手段】 成分（A）と成分（B）とを混合し、混合後直ちに混合物を成形型に注入して成形体を得る、光学部材の製造方法。成分（A）を5000CPS以下の粘度になるように加温し、加温した成分（A）を加压しながらフィルターを透過させて成分（A）に含まれる異物を除去し、次いで減圧下にて脱気した後に、前記混合に供する。

成分（A）：分子中に環状構造を有する脂肪族ジイソシアネートと300～2500の平均分子量を有するジオールとの反応生成物であるイソシアネート末端プレポリマー

成分（B）：一般式（I）で表される1種または2種以上の芳香族ジアミン（一般式（I）中、R₁、R₂及びR₃はそれぞれ独立して、メチル基、エチル基、チオメチル基の何れかである）

【化1】

一般式（I）



【選択図】なし

出願人履歴情報

識別番号 [000113263]

1. 変更年月日 1990年 8月16日

[変更理由] 新規登録

住 所 東京都新宿区中落合2丁目7番5号
氏 名 ホーヤ株式会社

2. 変更年月日 2002年12月10日

[変更理由] 名称変更

住 所 東京都新宿区中落合2丁目7番5号
氏 名 HOYA株式会社

**This Page is Inserted by IFW Indexing and Scanning
Operations and is not part of the Official Record**

BEST AVAILABLE IMAGES

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images include but are not limited to the items checked:

- BLACK BORDERS**
- IMAGE CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES**
- FADED TEXT OR DRAWING**
- BLURRED OR ILLEGIBLE TEXT OR DRAWING**
- SKEWED/SLANTED IMAGES**
- COLOR OR BLACK AND WHITE PHOTOGRAPHS**
- GRAY SCALE DOCUMENTS**
- LINES OR MARKS ON ORIGINAL DOCUMENT**
- REFERENCE(S) OR EXHIBIT(S) SUBMITTED ARE POOR QUALITY**
- OTHER:** _____

IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.

As rescanning these documents will not correct the image problems checked, please do not report these problems to the IFW Image Problem Mailbox.